

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-015908

(43)Date of publication of application : 19.01.1996

(51)Int.Cl.

G03G 9/087

G03G 9/08

G03G 13/08

(21)Application number : 06-149326

(71)Applicant : KAO CORP

(22)Date of filing : 30.06.1994

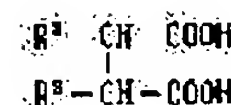
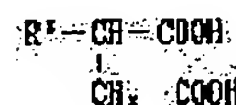
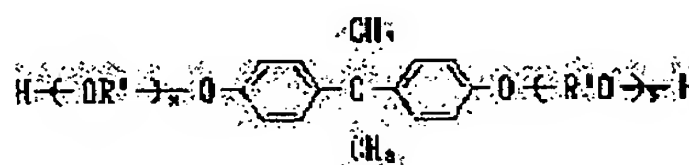
(72)Inventor : HIDAKA YASUHIRO
SATA SHINICHI
MARUTA MASAYUKI

(54) IMAGE FORMING METHOD

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide an image forming method by which a high-grade copied image having proper image density and no surface fog can stably be fed.

CONSTITUTION: In this image forming method utilizing a system in which an untransferred toner on a latent image carrier after development and transfer is recovered by cleaning and reused, a toner contg. polyester resin as a bonding resin and having inorg. fine particles of 30 to <100nm average particle diameter stuck to the surface is used. The polyester resin is obtd. by bringing polyol components including diol represented by formula I and polycarboxylic acid components including dicarboxylic acid represented by formula II or III or its anhydride and trimellitic acid or its anhydride into condensation polymn. In the formula I, R1 is 2-4C alkylene, each of (x) and (y) is an integer and the mean value of the sum of (x) and (y) is 2-16. In the formulae II, III, each of R2 and R3 is 4-20C hydrocarbon.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 10.09.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 29.02.2000

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3152838

[Date of registration] 26.01.2001

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's]

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-15908

(43) 公開日 平成8年(1996)1月19日

(51) Int. Cl. ⁶	識別記号	序内整理番号	P I	技術表示箇所
G 0 3 G	9/087			
	9/08			
	13/08			
			G 0 3 G	9/ 08
				3 3 1
				3 7 4
			審査請求	未請求
			請求項の数	3
			OL	(全 7 頁)
				最終頁に続く

(21) 出願番号	特願平6-149326	(71) 出願人	000000918 花王株式会社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
(22) 出願日	平成6年(1994)6月30日	(72) 発明者	日高 安啓 和歌山県海南市大野中889-3
		(72) 発明者	佐多 晋一 和歌山県和歌山市西浜1130
		(72) 発明者	丸田 将幸 大阪府大阪市舞4丁目34-22
		(74) 代理人	弁理士 古谷 肇 (外3名)

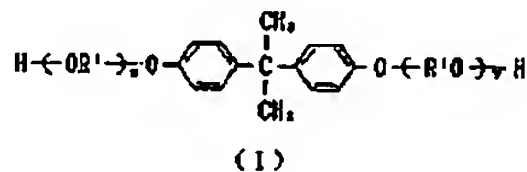
(54) 【発明の名称】 画像形成方法

(57) 【要約】

【目的】 適正な画像濃度の地かぶりの無い高品位な複写画像を安定に供給できる画像形成方法の提供。

【構成】 現像、転写後の潜像担持体上の未転写トナーをクリーニングして回収し、再使用する系を利用した画像形成方法において、トナーとして、結着樹脂が、ジオール(Ⅰ)を含有するポリオール成分(Ⅱ)と、二価カルボン酸(Ⅱ)又は(Ⅲ)もしくはその酸無水物、及びトリメリット酸もしくはその酸無水物を含有する多価カルボン酸成分(Ⅲ)とを縮合重合して得られるポリエステル樹脂であり、且つ表面に平均粒径30nm以上100nm未満の無機微粒子を付着せしめたものを用いる。

【化1】



【化2】



【化3】



(式中、R¹はC₁₋₁₀のアルキレン基、x及びyはその和の平均値が2~16となる整数、R²及びR³はC₁₋₁₀の炭化水素基である。)

(2)

特開平8-15908

1

2

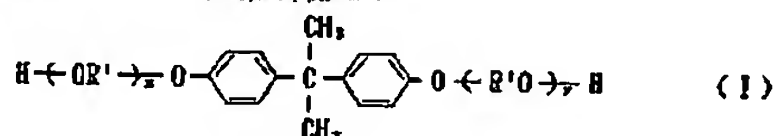
【特許請求の範囲】

【請求項1】 潜像担持体上の潜像を現像してトナー像を形成し、形成したトナー像を潜像担持体から転写材へ転写し、転写後の潜像担持体をクリーニングして潜像担持体上のトナーを回収し、回収したトナーを現像部側に*

*供給して現像工程に使用する画像形成方法において、使用される静電荷像現像用トナーの結着樹脂が、

(イ) 下記一般式(1)

【化1】



【式中、R¹は炭素数2～4のアルキレン基であり、x及びyは正の整数であり、その和の平均値は2～16である。】で表わされるジオールを必須成分として含有するポリオール成分と、

(ロ) ① 下記一般式(II)又は(III)

【化2】



【化3】



【式中、R²及びR³はそれぞれ炭素数4～20の飽和もしくは不飽和の炭化水素基である。】で表わされる二価カルボン酸もしくはその酸無水物を、前記ポリオール成分(イ)に対し1～50モル%、及び

② トリメリット酸もしくはその酸無水物を、前記ポリオール成分(イ)に対し10～30モル%含有する多価カルボン酸成分とを縮合重合せしめて得られるポリエステル樹脂であり、且つ該トナーの表面に平均粒径30nm以上100nm未満の無機微粒子が付着せしめられていることを特徴とする画像形成方法。

【請求項2】 結着樹脂のガラス転移温度が70℃以上である請求項1記載の画像形成方法。

【請求項3】 無機微粒子の表面が疎水化処理されていることを特徴とする請求項1又は2記載の画像形成方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、電子写真法、静電印刷法、磁気記録法に用いられる静電荷像現像用トナー及びこのトナーを用いた画像形成方法に関し、特に、現像、転写後、潜像担持体上に残余した未転写トナーをクリーニング工程により回収し、再使用せしめるという系を利用した画像形成方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、電子写真法としては、米国特許第2,297,691号明細書、特公昭42-23910号公報及び特公昭43-24748号公報等に記載されている如く、多数の方法が知られているが、一般には光導電性物質を利用し、

種々の手段により感光体上に電気的潜像を形成し、次いで該潜像をトナーを用いて現像し、必要に応じて紙等の転写材にトナー画像を転写した後、加熱、圧力或いは溶剤蒸気などにより定着し複写物を得るものである。この工程において、転写材へトナー画像を転写した後でも、感光体上には、未転写のトナーが10～20重量%残るため、これまではクリーニング工程により該未転写トナーを回収し、いわゆる廃トナーとして系外へ排出し、再度利用することができなかった。

【0003】しかし、近年、プリンターの需要が増加し、コピーボリュームの大きな機械、すなわち高速機の需要がさらに大きくなりつつある。こういった高速機においては廃トナーが大量に発生するため、廃棄物(廃プラスチック)として処理した場合、環境汚染を招く恐れがある。このため、最近、該廃トナーを再利用する検討、すなわち、トナーのリユースに対する検討が広く行われつつある。該廃トナーを再利用することが可能になれば、トナーの有効利用ができるとともに、機内のスペースを簡略化することができ、機械のコンパクト化が可能になるというメリットも考えられる。しかし、これまで廃トナーを再度現像工程に使用した場合、反射画像濃度の低下、地かぶりや反転かぶりの悪化、トナーの飛散の発生等の悪影響があった。

【0004】このようなトナーのリユース系に適用されるトナーの特徴としては、現像性、低温定着性、耐オフセット性、耐ブロッキング性、耐フィルミング性、粉碎性の他に、メカニカルストレスに強く、耐久性に優れていることや、廃トナーの現像工程への搬送性に優れているといった特性も要求されてくる。これらの要求に対して、これまでいろいろのトナーが提案されてきた。例えば、特開平1-214874号公報では、脂肪酸ジオールを含む特定のポリエステル樹脂を結着樹脂に用いたトナーが、さらには特開平2-110572号公報においては、金属架橋されたスチレン-アクリル共重合体を結着樹脂に用い、これと多量のポリオレフィンを加えたトナーが提案されているが、いずれの発明でも、トナーの構成自体の新規性に乏しく、むしろ耐ブロッキング性の悪化等の弊害を生じる可能性が高い。以上述べてきたように、トナーに対して要求される性能は互いに相反的であることが多く、さらに廃トナーをリユースした場合においても、これらを共に満足することが近年ますます望まれている。

(3)

特開平8-15908

る。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、上記の如き問題点を解決したトナーを用い、該トナーを再利用する回収装置を用いて廃トナーの発生を防止しつつ、適正な画像濃度の地かぶりの無い高品位な複写画像を安定に供給できる画像形成方法を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らは上記課題を解決すべく、従来のトナーを分析したところ、使用後のトナーは使用前のトナーに比べ、粉体流動性が大きく悪化し、トナー中の微粒子成分が増加していること、また、そのトナーの表面を走査型電子顕微鏡で観察したところ、トナーの形状が球形化し、未使用のトナーに観察され得る無機微粒子が観察されなくなっていることが判明した。又、更にトナー表面の無機元素分析を行ったところ使用後のトナーにも使用前のトナーとはほぼ同量の無機酸化物が存在することが判明した。以上の結果より、本発明者は廃トナーの再利用による画像劣化の原因が、*

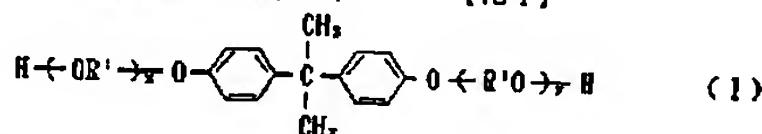
* 再利用する事により、トナーが破砕されていること、及び、トナー表面に存在する無機微粒子が回収系から受けるストレスによりトナー内部に埋め込まれてゆき、トナーの流動性が悪化するためと判明した。このような事実に基づき鋭意研究の結果、トナーの結着樹脂として靱性の強い特定組成のポリエステル樹脂を使用し、更にトナーの表面に特定の粒径範囲の無機微粒子を付着させることにより、上記の課題を解決できることを見だし本発明を完成した。

【0007】すなわち、本発明は、潜像担持体上の潜像を現像してトナー像を形成し、形成したトナー像を潜像担持体から転写材へ転写し、転写後の潜像担持体をクリーニングして潜像担持体上のトナーを回収し、回収したトナーを現像部側に供給して現像工程に使用する画像形成方法において、使用される静電荷像現像用トナーの結着樹脂が、

(イ) 下記的一般式(1)

【0008】

【化4】



【0009】〔式中、R¹は炭素数2～4のアルキレン基であり、x及びyは正の整数であり、その和の平均値は2～16である。〕で表わされるジオールを必須成分として含有するポリオール成分と、

(ロ) ① 下記一般式(II)又は(III)

【0010】

【化5】



【0011】

【化6】



【0012】〔式中、R²及びR³はそれぞれ炭素数4～20の飽和もしくは不飽和の炭化水素基である。〕で表わされる二価カルボン酸もしくはその酸無水物を、前記ポリオール成分(イ)に対し1～50モル%、及び
② トリメリット酸もしくはその酸無水物を、前記ポリオール成分(イ)に対し10～30モル%含有する多価カルボン酸成分とを混合重合せしめて得られるポリエステル樹脂であり、且つ該トナーの表面に平均粒径30nm以上100nm未満の無機微粒子が付着せしめられていることを特徴とする画像形成方法を提供するものである。

【0013】以下、本発明について詳細に説明する。

(トナーの結着樹脂) 本発明に係わるトナーの結着樹脂

としては、上記のポリエステル樹脂が使用される。この場合において使用されるポリエステル樹脂のポリオール成分(イ)は前記一般式(1)で表されるジオールを必須成分として含有するが、かかるジオールとしては、例えば、ポリオキシプロピレン(2.2モル)ー2,2ービス(4ーヒドロキシフェニル)プロパン、ポリオキシエチレン(2モル)ー2,2ービス(4ーヒドロキシフェニル)プロパン、ポリオキシプロピレン(6モル)ー2,2ービス(4ーヒドロキシフェニル)プロパン、ポリオキシプロピレン(16モル)ー2,2ービス(4ーヒドロキシフェニル)プロパン等のビスフェノールA系のモノマーが挙げられる。また、その他のポリオール成分(イ)としては、エチレングリコール、プロピレングリコール、グリセリン、ペンタエリスリトール、トリメチロールプロパン、水素添加ビスフェノールA、ソルビトール、又はそれらのエーテル化ポリヒドロキシル化合物、即ちポリオキシエチレン(10モル)ソルビトール、ポリオキシエチレン(3モル)グリセリン、ポリオキシエチレン(4モル)ペンタエリスリトール等が挙げられる。ポリオール成分(イ)中の前記一般式(1)で表されるジオールの含有量は、80～100モル%が好ましい。

【0014】また、本発明に使用されるポリエステル樹脂の多価カルボン酸成分(ロ)は、前記一般式(II)又は(III)で表わされる二価カルボン酸もしくはその酸無水物、及びトリメリット酸もしくはその酸無水物を必須成分として含有する。前記一般式(II)又は(III)で表わされる二価カルボン酸もしくはその酸無水物の含有量

(4)

特開平8-15908

5

は、前記ポリオール成分（イ）に対し1～50モル%である。この範囲以外の含有量では本発明が所望する画質が得られない。また、トリメリット酸もしくはその酸無水物の含有量は、前記ポリオール成分（イ）に対し10～30モル%である。この範囲以外の含有量では本発明が所望する画質が得られない。ここで一般式（II）又は（III）で表わされる二価カルボン酸の例を挙げれば、*n*-ドデセニルコハク酸、イソドデニルコハク酸、イソオクチルコハク酸、*n*-オクチルコハク酸、*n*-ブチルコハク酸等もしくはその酸無水物である。

【0015】又、本発明のポリエステル樹脂の多価カルボン酸成分（ロ）として上記の二価カルボン酸もしくはその酸無水物、及びトリメリット酸もしくはその酸無水物以外にフタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、フマル酸、マレイン酸等の二価カルボン酸、及びピロメリット酸等の四価カルボン酸、並びにこれらの酸の酸無水物及び低級アルキル（炭素数1～5）エステル等、ポリエステル樹脂の製造に通常使用される化合物を使用し得る。

【0016】本発明に係わるトナーの結着樹脂として使用されるポリエステル樹脂は、通常、ポリオール成分（イ）と多価カルボン酸成分（ロ）とを不活性ガス雰囲気中にて180～250℃の温度で縮重合する事により製造する事ができる。この際反応を促進せしめるため、通常使用されているエステル化触媒、例えば酸化亜鉛、酸化第一銅、ジブチル錫オキサイド、ジブチル錫ジラウレート等を使用する事ができる。本発明に使用されるポリエステル樹脂においてガラス転移温度が70℃以上であることが好ましい。この場合において一層地かぶりが抑制される。尚、本発明において樹脂のガラス転移温度は、DSC法を用いて、常法に従い求められる。

【0017】（トナー粒子中のその他の成分）本発明に係わるトナー粒子中には、上記結着樹脂以外に、着色剤や帯電制御剤が配合される。トナー粒子中の結着樹脂、着色剤及び帯電制御剤の配合割合は、結着樹脂99～75重量%、着色剤0.5～20重量%、帯電制御剤0.1～5重量%が好ましい。

【0018】本発明に使用されるトナー用の着色剤としては、カーボンブラック；C.I.ピグメント・イエロー1、同3、同74、同97、同98等のアセト酢酸アリールアミド系モノアゾ黄色顔料；C.I.ピグメント・イエロー12、同13、同14、同17等のアセト酢酸アリールアミド系ジスアゾ黄色顔料；C.I.ソルベイト・イエロー19、同77、同79、C.I.ディスパース・イエロー164等の黄色染料；C.I.ピグメント・レッド48、同49：1、同53：1、同57、同57：1、同81、同122、同5等の赤色もしくは紅色顔料；C.I.ソルベイト・レッド49、同52、同58、同8等の赤色系染料；C.I.ピグメント・ブルー15：3等の銅フタロシアニン及びその誘導体の青色系染料；C.I.ピグメント・グリーン7、同36（フタロシアニン・グリ

6

ーン）等の緑色顔料等が使用可能である。これらの染料は、単独で用いても2種以上混合して用いても良い。

【0019】更に、本発明で用いられるトナー用の帯電制御剤としては、負トナー用として、クロム・アゾ錯体染料、鉄・アゾ錯体染料、コバルト・アゾ錯体染料、サリチル酸もしくはその誘導体のクロム・亜鉛・アルミニウム・ほう素錯体もしくは塩化合物、ナフトール酸もしくはその誘導体のクロム・亜鉛・アルミニウム・ほう素錯体もしくは塩化合物、ベンジル酸もしくはその誘導体のクロム・亜鉛・アルミニウム・ほう素錯体もしくは塩化合物、長鎖アルキル・カルボン酸塩、長鎖アルキル・スルホン酸塩などの界面活性剤類が挙げられ、正トナー用として、ニグロシン染料及びその誘導体、トリフェニルメタン誘導体、四級アンモニウム塩、四級スルホニウム塩、四級ピリジニウム塩、グアニジン塩、アミジン塩等の誘導体等が挙げられる。

【0020】また、本発明に係わるトナー中には、フェライト等の磁性体、導電性調整剤、酸化錫、シリカ、アルミナ、ジルコニア、チタニア、酸化亜鉛等の金属酸化物、体質顔料、繊維状物質等の補強充填剤、酸化防止剤、離型剤等が必要に応じて加えられても良い。本発明に係わるトナーの組成としては前記以外の従来より公知である材料が使用可能である。

【0021】（トナー粒子に外部添加される無機微粒子）本発明においては、トナー粒子の表面に平均粒径が30nm以上100nm未満の無機微粒子が付着せしめられる。無機微粒子の粒径は、動的光散乱を利用する粒径分布測定装置により測定可能であるが、粒子の二次凝集を解離することは困難であるため、走査型電子顕微鏡により得られる写真より粒径を求める事が最善である。又、別の指標としては、無機微粒子のBET比表面積20～80m²/gのものが上記粒径に相当する。本発明に於いて、無機微粒子の平均粒径が30nmよりも小さい場合、無機微粒子がトナーに埋め込まれ易く非磁性成分トナーの経時安定性の満足のゆくものが得られず、また平均粒径が100nm以上のものを付着させた場合はトナーに適正な流動性が付与できず満足のゆく画像濃度及び画質が得られず、又、かかる粒径の微粒子はトナー表面から脱離をおこし易く、感光体を損傷したり、帯電ブレードを傷つけたりしやすい。無機微粒子の特に好ましい平均粒径は70nm以下である。

【0022】本発明に用いられる無機微粒子の組成としては、シリカ、アルミナ、チタニア、ジルコニア等の従来より公知のものが全て使用可能である。また、これらの無機微粒子はその表面がシランカップリング剤、シリコン・オイル等で疎水化されている事がトナーの帯電の安定性の見地より好ましい。本発明に係わるトナーにおける無機微粒子の添加量は、結着樹脂、着色剤及び帯電制御剤を含有するトナー粒子に対して0.01～10重量%が好ましく、更に好ましくは0.1～5重量%である。か

(5)

特開平8-15908

8

かる無機微粒子の添加量は無機微粒子の粒径を考慮し、更に、帯電ブレード材質及びその圧接圧力、現像ロールの材質等を考慮した上で慎重に調整される必要がある。本発明において、無機微粒子をトナー粒子の表面に付着させる方法としては従来より公知の粉体の混合方法が全て使用可能である。

【0023】〔トナー粒子に外部添加される任意成分〕更に、本発明に係わるトナー表面に、本発明で規定した上記特定粒径範囲の無機微粒子に加え、感光体上へのトナー・フィリングを防止したり、感光体上の残留トナーのクリーニング性を向上させるために他の添加剤を併用しても良い。これらの添加剤としては、シリカ、アルミナ、チタニア、ジルコニア、酸化錫、酸化亜鉛、カーボンブラック、フッ化黒鉛、炭化珪素、窒化ほう素等の無機微粒子、及びアクリル酸エステル類、メタクリル酸エステル類、スチレン等の単独重合体もしくは共重合体樹脂微粒子、フッ素樹脂微粒子、シリコン樹脂微粒子、ステアリン酸等の高級脂肪酸及びその金属塩等の有機微粒子が挙げられる。この場合において、無機微粒子は平均粒径が1 nm以上30 nm未満又は100 nm～1 μm 程度のものが使用しうる。また有機微粒子は平均粒径が1 nm～2 μm 程度のものが使用しうる。

【0024】〔トナーの製造方法及び画像形成方法〕本発明に係わるトナーの製造方法としては、混練粉砕法、スプレードライ法、重合法等の従来より公知の製造法が使用可能である。

【0025】本発明の画像形成方法においては、上記のようにして得られたトナーを用い、潜像担持体上の潜像を現像してトナー像を形成し、形成したトナー像を潜像担持体から転写材へ転写し、転写後の潜像担持体をクリーニングして潜像担持体上のトナーを回収し、回収したトナーを現像部側に供給して現像工程に再利用する。本発明の画像形成方法において、転写後の潜像担持体のクリーニング方法としては、従来公知の方法を用いることができる。例えば、ブレードクリーニングやブラシクリーニング等が挙げられる。

【0026】

【作用・効果】本発明に係わるトナーに用いられる無機微粒子はその粒径が適正な範囲に規定されているため、トナーに適正な粉体流動性を付与でき、且つ、回収系から加わる圧力によりトナー内部に埋め込まれる事が少ない。従って上記無機微粒子を添加したトナーを使用する事で、連続複写により画像濃度及び画質の変動の少なく、廃棄トナーを生じない印字システムを提供できる。又、本発明に係わるトナーの結着剤として用いられるポリエステル樹脂は、ビスフェノールA系モノマー、及びアルキル又はアルケニルコハク酸モノマー成分を含むため、トナー回収系から受けるストレスによっても破砕されたり、球形化されたりしにくい。又、ポリエステル樹脂のガラス転移温度が、70℃以上の場合に本発明の効果

は更に顕著となる。

【0027】

【実施例】以下に本発明の実施例を記載するが、本発明は勿論これらの実施例に限定されるものではない。なお、例中、部と表示するものは、特にことわりのない限り重量部を表わす。

【0028】ポリエステル樹脂の製造例

ポリオキシプロピレン(2.2モル) - 2,2 - ビス(4 - ヒドロキシフェニル)プロパン 540g、ポリオキシエチレン(2モル) - 2,2 - ビス(4 - ヒドロキシフェニル)プロパン 215g、テレフタル酸 225g、n - ドデセニル無水コハク酸31.5gをガラス製1リットル4つ口フラスコに入れ、温度計、ステンレス製攪拌棒、流化式コンデンサー及び窒素導入管を取り付け、電熱マントル中で230℃に昇温せしめ、窒素気流下にて攪拌しつつ反応させた。反応により生成する水が流出しなくなった時点で酸価を測定すると1.5であった。更に無水トリメリット酸94gを加え約8時間反応させ、環球法により軟化温度が130℃になった時反応を終了させた。得られた樹脂は淡黄色の固体で、酸価=25 mgKOH/g、水酸基価26 mgKOH/g、ガラス転移温度=74℃、重量平均分子量=18万であった。本樹脂をポリエステル樹脂(1)とする。

【0029】実施例1

ポリエステル樹脂(1)	100部
カーボンブラック	6部
クロム・アゾ錯体	2部
低分子量ポリプロピレン・ワックス	2部

上記組成を予備混合し、加圧ニーダーで混練した後、粉砕分級し重量平均粒径10 μmの着色粒子を得た。この着色粒子100部に、日本アエロジル社製シリカR809(平均粒径=40nm) 0.4部を加え、ヘンシェルミキサーにより混合しトナーとした。本トナーをCASIOプリンターCP-500 U改造機(このプリンターはクリーニングブレードにより潜像担持体上のトナーを回収し、回収したトナーを現像部側へ供給するシステムを有している。)を用い4000枚の連続印字テストを実施し、印字画質の測定と共に、テスト前後のトナー流動性の経み見かけ密度の測定を実施した。結果を表1に示す。

【0030】実施例2

日本アエロジル社製シリカMOX-80(粒径=30nm)をヘキサメチルジシラザンにより疎水化処理し、メタノール疎水化度38%の疎水性シリカAを調製した。実施例1と同じ着色粒子100部に疎水性シリカA 0.3部を同様に混合しトナーとした。本トナーについて実施例1と同様に連続印字テストを実施した。結果を表1に示す。

【0031】実施例3

大明化学製アルミナ(粒径=60nm)をヘキサメチルジシラザンにより疎水化処理し、メタノール疎水化度21%の疎水性アルミナBを調製した。実施例1と同じ着色粒子100部に疎水性アルミナB 0.8部を同様に混合しトナー

(6)

特開平8-15908

9

10

とした。本トナーについて実施例1と同様に連続印字テストを実施した。結果を表1に示す。

* [0032] 比較例1

*

スチレン-アクリル共重合体 100部
 (三洋化成工業製 ハイマーUN1-3000)
 (重量平均分子量=15万、ガラス転移温度=59℃)
 カーボンブラック 6部
 クロム・アゾ錯体 2部
 低分子量ポリプロピレン・ワックス 2部

を実施例1と同様に混練、粉碎分級を行い、重量平均粒径10 μ mの着色粒子を得た。この着色粒子100部に、日本アエロジル社製シリカR809(平均粒径=40nm)0.4部を加え、ヘンシェルミキサーにより混合しトナーとした。本トナーについて実施例1と同様に連続印字テストを実施した。結果を表1に示す。

[0033] 比較例2

実施例1と同じ着色粒子100部に、日本アエロジル社製疎水性シリカR972(粒径=16nm)0.2部を加え、同様に混合しトナーとした。本トナーについて実施例1と同様に

※に連続印字テストを実施した。結果を表1に示す。

[0034] 比較例3

大明化学製アルミナ(粒径=100nm)をヘキサメチルジシラザンにより疎水化処理し、メタノール疎水化度33%の疎水性アルミナCを調製した。実施例1と同じ着色粒子100部に、疎水性アルミナC1.5部を加え、同様に混合しトナーとした。本トナーについて実施例1と同様に連続印字テストを実施した。結果を表1に示す。

[0035]

[表1]

		実施例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 1	比較例 2	比較例 3
例	総み見かけ密度 ¹⁾ (g/cc)	0.350	0.352	0.348	0.353	0.353	0.347
	平均粒径 (μ m)	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
	粒径5 μ m以下 (%)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
	画像濃度 ²⁾	1.42	1.44	1.41	1.41	1.44	1.40
例	感光体かぶり ³⁾ (%)	-0.8	-1.0	-0.9	-1.5	-1.2	-0.8
	総み見かけ密度 ¹⁾ (g/cc)	0.374	0.376	0.371	0.328	0.342	0.369
	平均粒径 (μ m)	12.0	12.1	12.0	9.5	12.2	11.9
	粒径5 μ m以下 (%)	0	0	0	4.8	0.1	0.2
例	画像濃度 ²⁾	1.44	1.45	1.44	1.28	1.33	1.45
	感光体かぶり ³⁾ (%)	-0.8	-1.0	-1.0	-5.0	-1.8	-1.5
	画像欠陥	無し	無し	無し	白スジ発生	黒ベタ均一性不良	黒点発生

[0036] 注)

*1: ホソカワミクロン(株)製のパウダーテスターにより測定

*2: Macbeth Process Measurements社の反射濃度計RD-914にて測定

*3: 感光体上の画像をメンディングテープに写し取り、色差計CR-221(ミノルタカメラ(株)製)でY値を測定し、もとのテープのY値との差で示した。負の数値が大きくなれば、かぶりが大きいことを意味する。

[0037] 表1に示すとおり、本発明に係わるトナーを用いた場合、4,000枚の連続プリントを行ってもトナーの総み見かけ密度は低下せず、安定に良好な画像を提供したのに対し、比較例1のスチレン-アクリル共重合体

を含有するトナーを用いた場合、微粉が増加し、カブリが増加し、画像に白スジが発生した。又、粒径の小さいシリカを添加したトナーを用いた比較例2の場合、トナーの総み見かけ密度は低下し、且つ、画像濃度が低下し、黒ベタの均一性が悪化した。又、粒径の大きい無機微粒子を添加したトナーを用いた比較例3の場合は、感光体上に傷が発生し、傷に無機微粒子が蓄積していることが判明した。4,000枚印字後の実施例1のトナー及び比較例2のトナー表面を走査型電子顕微鏡で観察したところ、実施例1のトナー表面にはシリカが存在していることが確認できたが、比較例2のトナー表面にはほとんどシリカが確認できなくなっていた。

(7)

特開平8-15908

フロントページの続き

(51)Int.Cl.*

識別記号

庁内整理番号

F I

G 0 3 G 13/08

技術表示箇所

Z